

**Efecto del Tratamiento Térmico Post-Soldadura sobre la Microestructura y las Propiedades Mecánicas de un Acero 9Cr Depositado por FCAW****(Effect of Post Weld Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of a 9Cr Steel Deposited by FCAW)***Ariel Burgos<sup>1</sup>, Hernán Svoboda<sup>2,3</sup>, Estela Surian<sup>1,4</sup>**<sup>1</sup> Universidad Nacional de Lomas de Zamora, Facultad de Ingeniería, Lomas de Zamora, Buenos Aires, Argentina. arielburgo@gmail.com**<sup>2</sup> Universidad de Buenos Aires, Facultad de Ingeniería, INTECIN, Laboratorio de Materiales y Estructuras. Buenos Aires, Argentina.**<sup>3</sup> Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas. Buenos Aires. Argentina.**<sup>4</sup> Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional San Nicolás, DEYTEMA – Centro de Desarrollo y Tecnología de Materiales. San Nicolás, Buenos Aires, Argentina.***Resumen**

Los aceros 9Cr tienen suma importancia en la industria de generación termoeléctrica debido a sus marcadas resistencias al creep y a la corrosión. La soldabilidad de estas aleaciones es un punto crítico dado que encuentran diversas aplicaciones en equipos de construcción soldada. Las propiedades mecánicas requeridas se logran luego de un tratamiento térmico post soldadura (PWHT). Este trabajo estudió el efecto del PWHT sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de soldaduras 9Cr utilizando un alambre tubular flux-cored experimental, mediante un proceso semiautomático bajo protección de gas Ar-20%CO<sub>2</sub>. Se realizaron PWHT a diferentes temperaturas y tiempos. Se analizó la composición química y se realizaron ensayos de tracción a distintas temperaturas, ensayos de impacto tipo Charpy-V y de microdureza Vickers. Se estudiaron las microestructuras mediante difracción de rayos X (XRD), microscopía óptica (OM) y electrónica de barrido (SEM). En todos los casos se detectó una matriz martensítica con presencia de precipitados inter e intragranulares. En la condición como soldado (AW) se halló ferrita- $\delta$ . Se comprobó que la dureza cayó y la energía de impacto aumentó con el PWHT. La mayor resistencia a alta temperatura se logró con un PWHT de solubilizado a 1150°C y un doble revenido a 660°C.

**Palabras claves:** Acero 9Cr, FCAW, PWHT, Microestructura, Propiedades Mecánicas.

**Abstract:** 9Cr steels are extremely important in thermoelectric generation industry because of their marked resistance to creep and corrosion. The weldability of these alloys is critical as they are used in welded construction equipment. The required mechanical properties are achieved after post weld heat treatment (PWHT). This study examined the effect of different PWHT on microstructure and mechanical properties of welds 9Cr, using a flux-cored wire experimental with a semiautomatic process under protective gas (Ar-20% CO<sub>2</sub>). PWHT were conducted at different temperatures and times. Chemical composition was analyzed and hot tensile tests were carried out at different temperatures. Charpy-V impact tests and Vickers microhardness were also carried out. Microstructures were studied using X-ray diffraction (XRD), optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). In all cases was detected a martensitic matrix with intergranular and intragranular precipitates. In the as welded (AW) condition  $\delta$ -ferrite was also found. Microhardness dropped and the impact energy increased with PWHT. The greater resistance to high temperature was achieved on samples austenized at 1150 °C and a double tempering at 660°C.

**Key-words:** 9Cr steel, FCAW, PWHT, Microstructure, Mechanical Properties.

## 1. Introducción

El desafío de las nuevas plantas de generación termoeléctrica es elevar las temperaturas y las presiones del vapor dentro de su ciclo termodinámico para poder incrementar su rendimiento, reduciendo por lo tanto el costo asociado al combustible utilizado y las emisiones de CO<sub>2</sub> al medioambiente. Para un rango de funcionamiento a temperaturas de entre los 625-650 °C y presiones que rondan los 30-35 MPa o más, se requiere la utilización de nuevos aceros que permitan reforzar y estabilizar la matriz de martensita a estos niveles de exigencia. A partir de la introducción de variaciones de los aceros 9Cr, resistentes al creep, se logró éste cometido mediante el agregado de W a expensas de una reducción en el contenido de Mo y adiciones de B y Co [1]. Éstos aceros presentan buena conductividad térmica y bajo coeficiente térmico de expansión lineal, que junto a su menor costo de fabricación y transformación en productos tubulares, los convierten en una buena alternativa para ser utilizados en la construcción de elementos de grandes espesores como por ejemplo los colectores y tuberías de conducción principal de los generadores de vapor acoplados a dichas plantas [2-3]. En este contexto, la soldabilidad de estos materiales es un aspecto de gran relevancia, ya que se tratan en su gran mayoría de equipos e instalaciones de construcción soldada. Paralelamente, en los últimos años, se ha generado un notable y progresivo incremento en la velocidad de deposición de las soldaduras a través del desarrollo de procesos semiautomáticos más eficientes que utilizan alambres tubulares como alternativa a los consumibles macizos, mostrando la industria de fabricación de máquinas de vapor un gran interés en aplicarlos dado que la unión de tuberías es una tarea de mucho peso dentro de sus procesos productivos [4]. Asimismo, el montaje de estos equipos requiere que una junta pueda ser soldada en toda posición, por cuanto el proceso de soldadura semiautomática bajo gas (Flux Cored Arc Welding - FCAW) se muestra como uno de los más convenientes.

Si bien en el último tiempo se ha llevado adelante gran cantidad de estudios de nuevos aceros para éstas aplicaciones, la mayoría se encuentra asociada al desarrollo del material base, por cuanto en el campo de la soldadura de éstos materiales, tanto en cuanto al desarrollo del consumible (metal de aporte puro - MAP), como en la junta soldada (JS) de los mismos, se plantean fuertes interrogantes. El tratamiento térmico post soldadura (Post Weld Heat Treatment - PWHT) es uno de ellos, de gran relevancia, ya que a partir de éstos se obtienen las propiedades mecánicas requeridas para el metal de soldadura en servicio. En este sentido, se busca encontrar el PWHT que provea una microestructura de pre-servicio cuya evolución durante la exposición a la temperatura de trabajo, mitigue la degradación de las propiedades a largo plazo. Así, los precipitados finamente dispersos en la matriz de martensita y la densidad de dislocaciones controlan mayormente dicha degradación que sumado a los efectos de endurecimiento por solución sólida del Mo y W le brindan a este metal de soldadura las propiedades deseadas durante el servicio [5]. Los depósitos de soldaduras 9Cr avanzados presentan una microestructura martensítica, con precipitados en borde de grano austenítico primario y en la base de la placa de martensita (carbonitruros-CN), pudiéndose encontrar también indicios de ferrita- $\delta$  que no se transformó durante el enfriamiento del cordón [6-8]. La presencia de ferrita- $\delta$  en la microestructura final de los depósitos tiene un nocivo efecto sobre la tenacidad y las propiedades a alta temperatura de los mismos [2]. Si bien los PWHT tienen por objeto revenir la estructura primaria del cordón (As Welded-AW) sometiendo la estructura a una temperatura por debajo de la temperatura de transformación  $A_{C1}$ , la fase ferrítica retenida durante la solidificación sigue presente. A diferencia de lo practicado sobre las soldaduras, los tratamientos térmicos convencionales aplicados a los aceros martensíticos en su condición as-cast comprenden una austenización en donde la estructura se somete a temperaturas por encima de la temperatura de transformación  $A_{C3}$ , en la que se produce una homogenización química de todo el material provocando la desaparición de todo indicio de ferrita- $\delta$  retenida y la disolución de los CN presentes en la estructura de solidificación, quedando como resultado una estructura completamente martensítica. Posteriormente dicha estructura se revene a temperaturas por debajo de la temperatura  $A_{C1}$  [9]. Existen estudios donde se han desarrollado tratamientos térmicos alternativos sobre estos aceros 9Cr en busca de mejorar las propiedades en servicio, elevando la temperatura de austenizado y disminuyendo la temperatura de revenido, para efectuar un doble revenido a mayores tiempos, con algunos éxitos al respecto [9].

Actualmente, son pocos los consumibles que ajustan la composición química de sus depósitos a la de estos nuevos aceros, la gran mayoría se encuentran en plena etapa de desarrollo y en la literatura no se reportan trabajos sistemáticos con alambres tubulares de este tipo para soldar bajo el proceso FCAW. Tampoco se registran estudios en los que se evalúe el efecto de aplicar PWHT alternativos, que comprendan un austenizado y un posterior revenido sobre cordones de soldadura de este sistema.

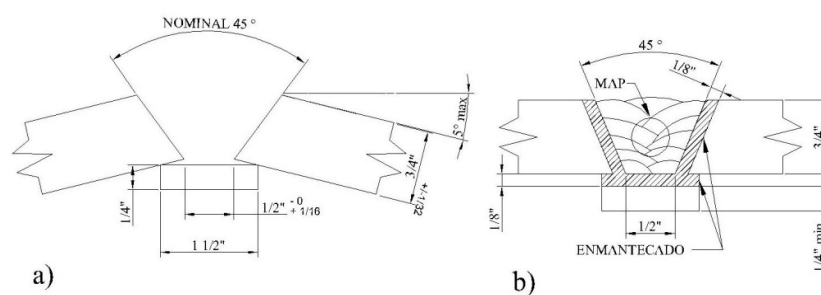
En este trabajo se estudiaron los efectos de los PWHT convencionales y alternativos sobre la microestructura y las propiedades mecánicas del depósito de soldadura de un acero 9Cr (9%Cr-Mo-W) avanzado para el servicio a alta temperatura, obtenidos empleando alambres tubulares mediante el proceso FCAW-G con variación de los contenidos de B y W respecto de un alambre comercial.

## 2. Materiales y Métodos

A fin de lograr los objetivos propuestos se desarrolló el procedimiento experimental que se describe a continuación.

### 2.1. Soldaduras

Se soldó un cupón de metal de aporte (MAP) según norma ANSI/AWS A5.29/A5.29M:2010, depositando cinco capas con una secuencia de 3, 2, 2, 2 y 2 cordones en cada capa, respectivamente. Para su confección se utilizaron chapas de acero al carbono biseladas de 19 mm de espesor, 475 mm de largo y 150 mm de ancho. Como respaldo se utilizó una planchuela de acero al carbono de 6x38x475 mm (ver Figura 1).



**Figura 1.** Plano constructivo cupón de MAP según ANSI/AWS A5.29/A5.29M:2010 a) Ensamble previo a la carga del metal de soldadura – b) Dispositivo terminado

Para la preparación y el ensamble del cupón, como así también para la carga del metal de soldadura, se emplearon dos equipos, una fuente manual y otra semiautomática con cabezal alimentador. El proceso completo comprendió tres etapas de desarrollo:

- Enmantecado de chapas y respaldo (Procesos SMAW y FCAW).
- Montaje del cupón (Proceso FCAW).
- Carga del metal de soldadura (Proceso FCAW).

En la carga del MAP se utilizó un alambre tubular del tipo “flux cored” de 1,2 mm de diámetro con formulación de relleno experimental provisto por la empresa Metrode Products Ltd. El procedimiento de soldadura FCAW empleado involucró soldar en la posición 1G (bajo mano), con protección gaseosa de Ar-20%CO<sub>2</sub>, con un caudal de 20 l/min, una longitud libre de alambre de 12 a 15 mm, con corriente continua electrodo positiva (DCEP). En la tabla 1 se muestran los parámetros de soldadura empleados.

**Tabla 1.** Parámetros de soldadura empleados.

N° Capas	N° Pasadas	Temperatura precalentamiento entre pasadas	Intensidad	DDP	Longitud	Velocidad de avance	Calor Aportado
		[°C]					
5	11	250	223	30.6	475	5.7	1.2

La probeta de MAP obtenida fue radiografiada para evaluar la calidad del depósito. Se realizaron cortes transversales a la soldadura para la extracción y elaboración de probetas y muestras requeridas en los distintos ensayos. Se determinó la composición química del depósito por espectrometría de emisión óptica (OES).

### 2.2. Tratamientos Térmicos Post Soldadura (PWHT)

Entre los distintos PWHT analizados se realizó un tratamiento de aplicación convencional a las soldaduras de aceros del tipo ASTM A-213-T92 y A-335-P92, consistente en un revenido simple a una temperatura 20°C por debajo de A<sub>C1</sub> (760 a 780°C), identificado como 76. A su vez, se realizaron PWHTs no convencionales a las soldaduras buscando una microestructura más estable durante el servicio, consistentes en un tratamiento de solubilizado más un revenido (identificado como 176), típico de aplicación en los aceros as-cast y una alternativa

que implicó un doble revenido, identificado como 166. Se buscó generar una microestructura con una mayor densidad de dislocaciones, maximizando el contenido de precipitados del tipo MX de baja velocidad de crecimiento en tamaño, mucho más finos y homogéneamente dispersos. Junto con la muestra sin tratamiento térmico (AW) se conformó el esquema final de condiciones a estudiar en este trabajo (ver Tabla 2).

**Tabla 2.** Esquema de condiciones de estudio de las muestras del MAP.

PWHT	Solubilizado		Revenido		Doble revenido	
	Temperatura	Tiempo	Temperatura	Tiempo	Temperatura	Tiempo
	[°C]	[h]	[°C]	[h]	[°C]	[h]
AW	-	-	-	-	-	-
76	-	-	760	2	-	-
176	1050	1	760	2	-	-
166	1150	1	660	3	660	3

### 2.3. Microscopía Óptica y Electrónica

Un corte transversal completo en su condición AW fue preparado para un examen macroscópico utilizando microscopía óptica (OM), se identificaron las distintas zonas del cordón, su morfología y la constitución de fases presentes en cada zona. Sobre muestras en condición AW y como tratadas térmicamente se realizó microscopía óptica (OM) y electrónica de barrido (SEM) a fin de analizar la microestructura resultante en la zona central del depósito.

Se cuantificó el porcentaje de ferrita- $\delta$  en la condición AW, en un corte paralelo a la superficie de rotura en la dirección longitudinal al cordón de soldadura de una probeta Charpy-V ensayada, según la Norma ASTM E-562-02 de conteo manual de fases. En dicha sección, en el centro de la misma, se contabilizaron 22 campos en la dirección perpendicular a la dirección de soldadura. Las micrografías fueron tomadas a 200 aumentos utilizando una grilla ocular de la cual se tomaron 100 puntos.

### 2.4. Difracción de Rayos-X (DRX)

Muestras extraídas del centro del cordón y de todas las condiciones analizadas fueron pulidas hasta obtener una superficie libre de marcas de mecanizado. Se irradiaron todos los ejemplares utilizando un ánodo de Cu con una longitud de onda de 1.548 Å. Se barrieron todas las superficies en un rango de 30 a 90°, aplicando un paso de 0,02° y una velocidad de 0,5°/min. Se utilizó sólo la línea CuK $\alpha$ 1 del difractograma (la línea K $\alpha$ 2 fue eliminada por cálculo utilizando el método de Rachinger con una modificación dinámica que optimiza el ajuste de las funciones de distribución de los perfiles).

### 2.5. Microdureza

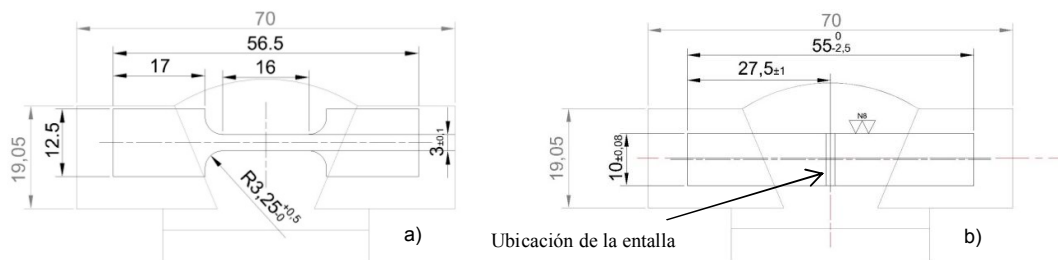
Tanto para el caso de la macrografía AW como para las micrografías en sus distintas condiciones, se evaluó la microdureza aplicando una carga de 1 kg (HV1). En la macrografía se realizaron barridos ubicando las improntas cada 0,5 mm en cuatro direcciones distintas, una horizontal que barrió todos los cordones de la capa cinco y tres verticales barriendo las cinco capas, uno en el centro y los restantes a ambos lados del mismo y a una distancia de 5 mm. Se identificaron las distintas zonas de los cordones y se realizó un mapeo para cada barrido. Para el caso de las micrografías el tratamiento fue distinto, sobre la cara correspondiente a un corte transversal del cordón se tomaron cinco improntas ubicadas en el centro y en los vértices de un cuadrado de 5mm de lado, con un análisis estadístico se determinó el valor representativo de tendencia central para cada una de las condiciones analizadas.

## 2.6. Tracción a Alta Temperatura

A fin de evaluar el comportamiento mecánico del material en condiciones similares a las de servicio, se realizaron ensayos de tracción a alta temperatura. Se mecanizaron probetas en la dirección transversal al cordón de soldadura según la norma ASTM E 8M-01, ver localización de las probetas en la Figura 2a. Dichas probetas se ensayaron a 600 y 625 °C y a velocidades de deformación inicial de  $2,7 \times 10^{-5}$ ,  $1,3 \times 10^{-4}$ ,  $1,3 \times 10^{-3}$  y  $6,7 \times 10^{-3}$  1/s.

## 2.7. Ensayo de Charpy-V

Se mecanizaron probetas Charpy-V según norma ASTM E23-02a – Type A, ver esquema Figura 2b. Se realizaron dos ensayos a 20°C por cada condición analizada y se promediaron los valores obtenidos. Sobre las superficies de fractura obtenidas se analizaron los modos de falla mediante microscopía óptica.



**Figura 2.** a) Esquema extracción probeta tracción transversal, b) Esquema extracción probeta Charpy-V

## 3. Resultados y Discusión

### 3.1. Soldaduras

En la Figura 3 se puede observar una macrografía de un corte transversal de la probeta soldada. Se registró un bajo nivel de defectos macroscópicos (poros, inclusiones de escoria, fisuras, etc.), al igual de lo que se pudo corroborar en la radiografía del cordón completo.



**Figura 3.** Macrografía del cordón multipasadas

### 3.2. Composición Química

En la Tabla 3 se muestra el resultado del análisis químico obtenido sobre la superficie de la última capa depositada (capa N° 5).

**Tabla 3.** Composición química del metal depositado (% en peso)

Alambre	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Co
FZF620	0,12	0,9	0,36	0,007	0,017	9,33	0,49	0,51	0,86
Alambre	Nb	Cu	W	V	N	B	Al	Mn+Ni	Ti
FZF620	0,05	0,08	1,89	0,21	-	0,002	0,001	1,39	0,03

### 3.3. Microestructura

En la figura 4 se presentan micrografías de la muestra en condición AW en distintas locaciones del cordón multipasadas. En general se observa una estructura de matriz martensítica con presencia de ferrita- $\delta$ .

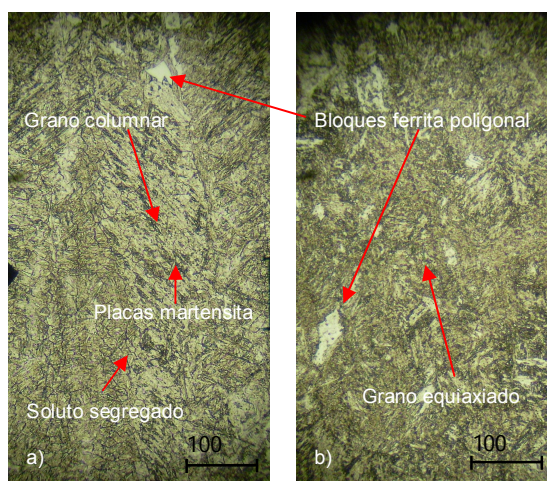
En la zona fundida (FZ) de la última pasada (capa 5, Figura 4a) se observó una estructura columnar de solidificación direccional de martensita formada a partir de la austenita, desde la pileta líquida [10].

Se encontró ferrita- $\delta$  en forma de bloques intergranulares (Figura 4a). Esta fase quedó retenida durante el enfriamiento desde el líquido en el cordón de soldadura y persistió luego de haber recibido calor de las pasadas subsiguientes, como se aprecia en la micrografía de la Figura 4b de una zona recristalizada de la tercera capa. Esto puede explicarse tomando como referencia un enriquecimiento local en Cr y Mo producto de la disolución de los  $M_{23}C_6$  ( $T_{sol} = 986\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) a lo largo del límite de grano austenítico primario. En tales áreas segregadas, enriquecidas por estos elementos estabilizantes de la ferrita, se presentan puntos preferenciales para la nucleación de ferrita- $\delta$  [11].

Del conteo manual de fases resultó que las muestras AW presentan un  $2,29\% \pm 1,6$  de ferrita- $\delta$  en su estructura.

En la figura 4a, en la línea de fusión (FL) del cordón, se aprecia también una estructura columnar con una martensita mucho más fina y una segregación de solutos en los bordes de los granos columnares.

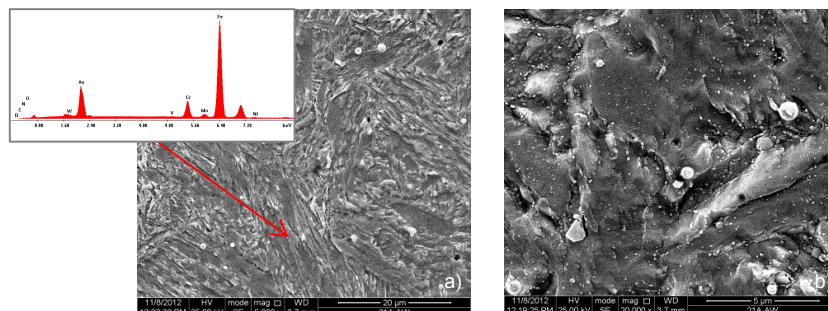
Por debajo de la línea de fusión, en la zona afectada por el calor (ZAC) – Figura 4a, b - se observó una estructura martensítica equiaxiada producto de la austenización a altas temperaturas y posterior enfriamiento más lento [12].



**Figura 4.** Micrografías OM de muestras AW en diferentes posiciones del cordón multipasadas. a) 5° capa (FZ; FL; ZAC), b) 3° capa (ZAC).

Dentro del patrón microestructural mixto, la matriz denota una composición química homogénea. En zonas más alejadas a la línea de fusión, dentro de la ZAC, el ciclo térmico generado por las pasadas subsiguientes habría alcanzado temperaturas intercríticas  $A_{C1} < T < A_{C3}$  y subcríticas ( $T < A_{C1}$ ), ya que se pudo observar una mayor cantidad de carburos precipitados (ver Figura 5b), que según se reporta podrían ser del tipo  $M_{23}C_6$  [12-15]. Los  $M_{23}C_6$  precipitan durante la soldadura y crecen durante el PWHT, lo mismo no sucede con los precipitados del tipo MX [16].



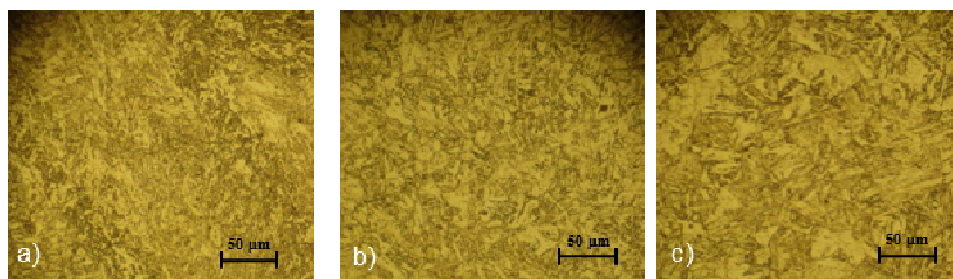


**Figura 5.** Micrografías SEM de muestras AW. a) matriz – estructura mixta, b) ZAC – Precipitados

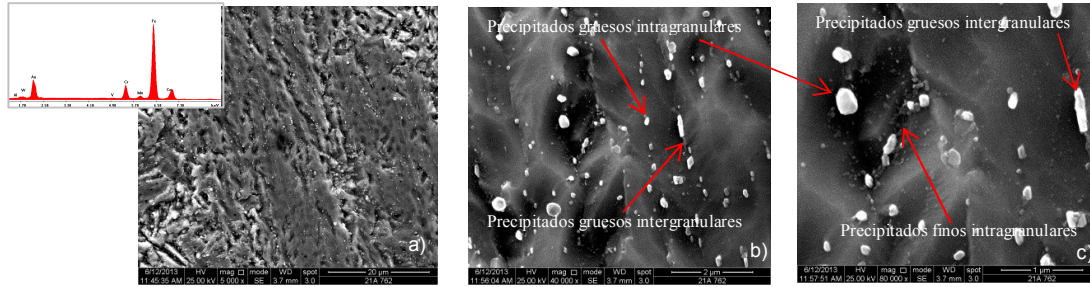
Para el caso de las muestras sometidas a un PWHT podemos diferenciar dos tipos, por un lado muestras a las que sólo se les aplicó un tratamiento de simple revenido (76) y en cuyo caso se trata de una microestructura mixta de granos columnares y equiaxiados, donde se observa una martensita con distintos grados de revenido y con precipitados inter e intragranulares (Figura 6a y 7) y por el otro, muestras a las que se les aplicó un tratamiento de solubilizado y un posterior revenido (176 – simple revenido Figura 6b y 8; 166 – doble revenido Figura 6c y 9), en cuyo caso se trató de una única estructura con granos austeníticos primarios de tamaños homogéneos y una martensita revenida uniformemente con precipitados inter e intragranulares.

La figura 6 marca las diferencias entre la estructura mixta de granos columnares y equiaxiados de muestras sólo revenidas y las estructuras uniformes conformadas por patrones de granos austeníticos primarios de las muestras solubilizadas y luego revenidas. Si comparamos los dos tratamientos que involucran solubilizados, el PWHT que alcanzó la mayor temperatura de solubilizado (166) presenta granos austeníticos primarios de mayor tamaño (Figura 6c) siendo su consecuencia una distribución de precipitados más homogénea (Figura 9a) a diferencia de las muestras con el tratamiento 176 (Figura 8a). En esta última, se identifica también que el precipitado es mucho más intenso en el borde de grano austenítico, formando incluso en algunos casos clusters (Figura 8c), respecto del que se aprecia en los bordes de los listones de martensita (Figura 8b).

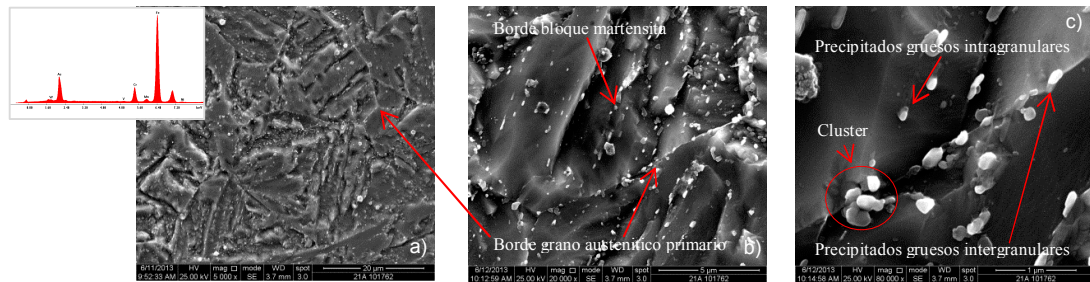
Según se reporta los precipitados  $M_{23}C_6$  localizados en los bordes de grano austenítico primario muestran una morfología elipsoidal a diferencia de los intragranulares cuya morfología es circular [16]. Estos precipitados presentan una composición compleja  $(Fe, Cr, W, Mo)_{23}C_6$  y tienden a crecer fácilmente con la temperatura de servicio, en cambio los MX, mucho más chicos que los  $M_{23}C_6$ , se componen de  $(M=V, Nb, Cr \text{ y } X=C, N)$ , precipitan principalmente en los bordes de los listones de martensita y su crecimiento es lento. Estos últimos pueden apreciarse en la Figura 7c y 9c y se presume que son consecuencia de haber precipitado a bajas temperaturas de revenido [9, 17]. Si bien no se pudo clasificar estos precipitados, la literatura reporta la existencia de tres tipos diferentes de MX, el tipo I es un precipitado esférico o cuboidal rico en Nb, el tipo II es un precipitado rico en V en forma de bastón y el tipo III presenta una morfología denominada *wing*. Estos últimos se forman por precipitación secundaria de una partícula VN adherida al  $(NbCN)$  esférico [18] y se los supone responsables del buen comportamiento a altas temperaturas de este sistema de aleación [19]. Es de notar también que en el caso de la muestra 166 se observa la formación de subgranos a través de los listones pre-existentes de martensita, esto en principio pudiera deberse a un mecanismo de absorción de granos ultra finos circundantes y bloques de martensita adyacente que con el mantenimiento en el tiempo de la temperatura de revenido se transforman en sitios de precipitación como pueden apreciarse en la Figura 9c [20].



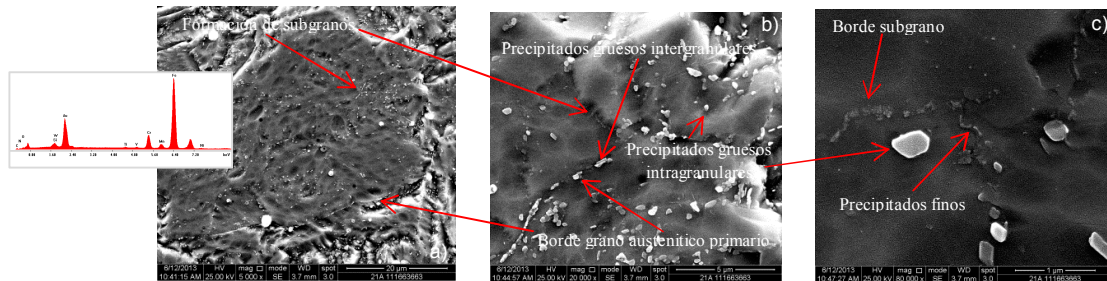
**Figura 6.** Micrografías OM de muestras con PWHT, a) 76, b) 176, c) 166



**Figura 7.** Micrografías SEM de muestras simple revenido (76), a) matriz – estructura mixta con precipitados, b) matriz, c) Tipos de precipitados.



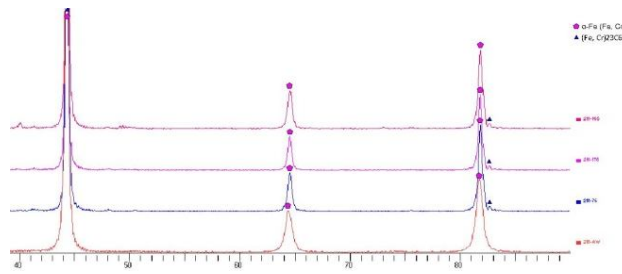
**Figura 8.** Micrografías SEM de muestras solubilizadas y con simple revenido (176), a y b) matriz – estructura equiaxiada con precipitados, c) Tipos de precipitados.



**Figura 9.** Micrografías SEM de muestras solubilizadas y con doble revenido (166), a y b) matriz – estructura equiaxiada de granos primarios y subgranos con precipitados, c) Tipos de precipitados, identificación borde subgrano.

En la Figura 10 se observan los espectros DRX. Se obtuvieron principalmente picos en los planos (110), (200), (211) pertenecientes a la matriz ( $\alpha$ -Fe). Esta fase de estructura BCC (parámetro de red, 0,278 +- 0,003 nm), representa principalmente una solución sólida sobresaturada (martensita y ferrita) de Cr en una matriz de Fe. Se puede apreciar que los picos se desplazan hacia ángulos mayores respecto de la condición AW con los PWHT, esto podría estar indicando que elementos de aleación (Cr, Mo, W) que estaban en solución sólida estarían precipitando como carburos del tipo  $M_{23}C_6$ , estructuras FCC (parámetro de red, 1,064 nm) empobreciendo la matriz [21]. Como se observa en el difractograma, los picos de estos carburos comienzan a aparecer con los diferentes revenidos.

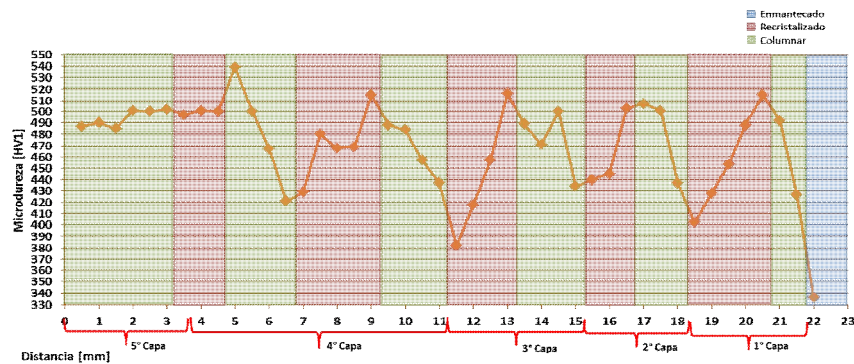




**Figura 10.** Espectros DRX de todas las muestras analizadas, reflexiones de la matriz y carburos

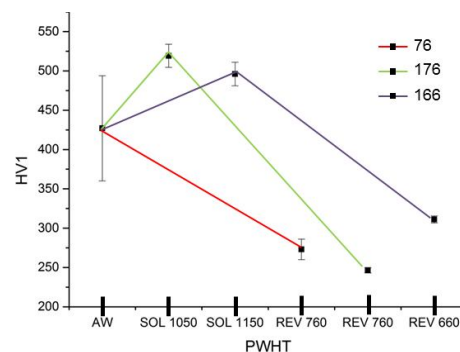
### 3.4. Propiedades Mecánicas

En la Figura 11, a modo representativo se presenta los resultados de un barrido de microdureza HV1 correspondiente a la muestra en condición AW. En este gráfico se pueden observar máximos que representan zonas del cordón (FL) que estuvieron sometidas a temperaturas cercanas a la de fusión en donde el metal de soldadura entra en un campo bifásico (ferrita- $\delta$  + austenita) y se produce una disolución parcial de los carburos dando como resultado, luego del enfriamiento, una estructura de martensita sin revenir enriquecida con el carbono proveniente de la disolución de los carburos y ferrita- $\delta$  retenida. Se identifican también mínimos que representan zonas que fueron sometidas a temperaturas cercanas a la de revenido producto del calor aportado por el cordón depositado por encima de éste.



**Figura 11.** Perfil de microdureza HV1 muestra AW – Zona central cordón multipasadas.

La Figura 12 muestra el efecto de PWHT sobre la microdureza.

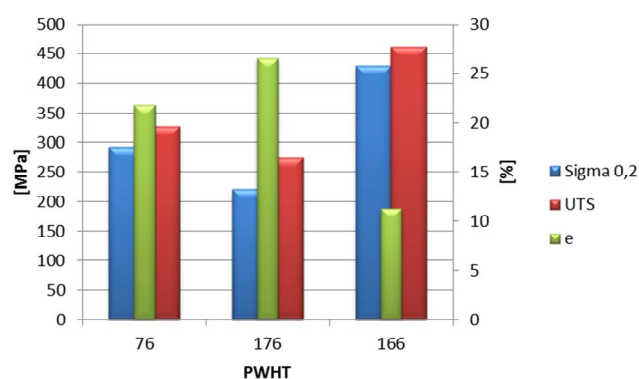


**Figura 12.** Efecto del PWHT sobre la microdureza HV1.

Se observa que a causa de las altas temperaturas de austenización alcanzadas, gran parte de los precipitados y la ferrita- $\delta$  proveniente de la estructura de solidificación de la soldadura podrían haberse disuelto en la austenita, provocando un endurecimiento por solución sólida de los elementos de aleación contenidos en estas fases dentro de la misma austenita, cuestión que representaría una mejora en el comportamiento a alta temperatura [17]. Esta situación provocaría que la temperatura de transformación de la martensita  $M_s$  sea más baja, dando como resultado una estructura más estable y resistente luego del enfriamiento a temperatura ambiente [22-23].

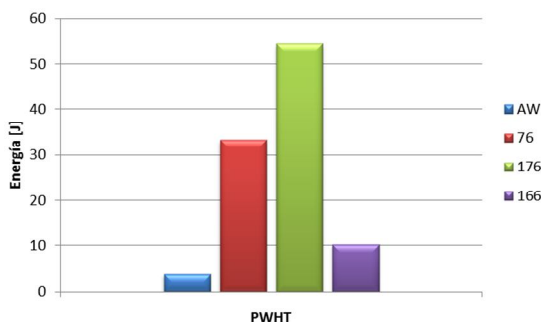
Las propiedades del material en caliente fueron evaluadas aplicando un ensayo de tracción a alta temperatura y a distintas velocidades de deformación para cada condición. Según reporta la bibliografía existe una analogía respecto que la velocidad de deformación en un ensayo de tracción a alta temperatura en correspondencia con la mínima velocidad de deformación en el ensayo de creep y respecto de la tensión de rotura en el ensayo de tracción a alta temperatura en correspondencia con la tensión aplicada en el ensayo de creep [24-25]. La gráfica de la Figura 13 muestra cómo el PWHT afectó estas propiedades.

Como se puede observar las probetas con el tratamiento 166 mostraron la mejor performance, no solamente en cuanto a la tensión alcanzada sino también en el alargamiento a la rotura. En principio este comportamiento podría indicar que existe una estructura con poca pérdida de propiedades como causa de la aplicación de carga y temperatura. Esto podría deberse a una alta densidad de dislocaciones que retrasan la relajación de la microestructura y la presencia de precipitados finos con baja velocidad de crecimiento que impiden que éstas se movilen a lo largo de la misma.



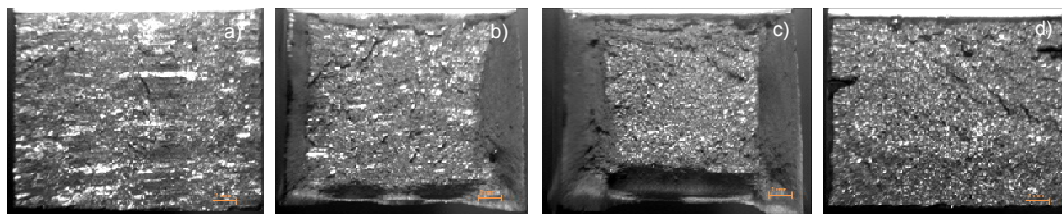
**Figura 13.** Comportamiento en caliente – Tracción a alta temperatura ( $625^{\circ}\text{C} \rightarrow$  Deformación específica  $2,67\text{E-}5$  [1/s]).

En la Figura 14 se observa el comportamiento al impacto de todas las condiciones. Del análisis de las gráficas surge que la mayor tenacidad registrada por la probeta 176 se podría deber a que la matriz durante el enfriamiento en PWHT retuvo los elementos de aleación y registró un comportamiento más dúctil, no habría ocurrido lo mismo con la probeta 166 por cuanto se podría inferir que los elementos de aleación migraron hacia los precipitados durante el revenido cuestión que implicó un endurecimiento de estas fases registrando un comportamiento mucho más frágil y menos tenaz.



**Figura 14.** Efecto del PWHT sobre la tenacidad – Charpy-V.

Las superficies de fractura mostraron un mecanismo de rotura mixto (dúctil/clivaje). En función del PWHT aplicado el área a la fractura que representa cada mecanismo varió significativamente (ver Figura 15)



**Figura 15.** Superficies de fractura probetas Charpy-V, a) AW, b) 76, c) 176, d) 166.

#### 4. Conclusiones

El PWHT de solubilizado a 1150°C por el término de 1 h sumado al doble revenido a 660°C durante un período de 3 h cada uno, generó la microestructura más estable. En principio la alta temperatura de austenizado disolvió la totalidad de las fases presentes en la microestructura de solidificación de la soldadura provocando que los elementos de aleación ingresaran a la matriz austenítica, que a su vez con el tiempo suficiente, creció en el tamaño de sus granos como para distribuir más homogéneamente los precipitados en el posterior revenido. La baja temperatura de revenido y el tiempo empleado en cada uno de estos tratamientos, propició un mecanismo coordinado de aniquilación de granos ultrafinos y de los bloques de martensita adyacentes, dando lugar a la formación de nuevos bordes de grano, siendo éstos sitios propicios de nucleación de precipitados. El rango térmico empleado, incrementó el volumen de precipitados finos y de baja velocidad de crecimiento, trazando nuevas fronteras de subgranos dentro de la matriz. La densidad de dislocaciones se incrementó como consecuencia de esto. Los factores determinantes del buen comportamiento a alta temperatura de esta microestructura fueron el volumen de precipitados finos de gran estabilidad y la densidad de dislocaciones alcanzadas con el PWHT. El aumento de la temperatura de revenido y el empleo de un menor tiempo de mantenimiento determinó que la martensita retuviera en gran parte los elementos de aleación propendiendo a la formación de precipitados más gruesos, de rápida velocidad de engrosamiento, con una menor densidad de dislocaciones, esto se reflejó en la mayor tenacidad de todas las muestras estudiadas pero el peor comportamiento a alta temperatura, presumiblemente por la falta de precipitados finos que impidieran el movimiento de las dislocaciones y la pronta relajación de la microestructura. Es de destacar que las estructuras solo revenidas a una temperatura cercana a A<sub>c1</sub> desarrollaron un buen papel en los ensayos de tracción a alta temperatura y esto es atribuible a la microestructura mixta que presentan, con alto nivel de dislocaciones y un mínimo volumen de fino precipitados.

#### 5. Agradecimientos

Los autores agradecen a METRODE PRODUCTS LTD – UK, por la fabricación y provisión del consumible utilizado, a AIR LIQUIDE Argentina por la donación de los gases de soldadura, a CONARCO-ESAB por la realización de los análisis químicos, al INTI - MECÁNICA por la realización del radiografiado de los cordones, la microscopía electrónica de barrido (SEM) y los ensayos de Charpy-V. Reconocen además a la ANPCyT por el soporte financiero.

#### 1. Referencia Bibliográfica

- [1] VISWANATHAN, R. et al. U.S. Program on Materials Technology for Ultra-Supercritical Coal Power Plants, JMEPEG, v 14, 2005, p 281-292.
- [2] OÑORO, J. Weld metal microstructure analysis of 9-12% Cr steels. International Journal of Pressure Vessels and Piping, v 83(7), 2006, p 540-545.
- [3] OAKEY, J.E. et al. Review of Status of Advanced Materials for Power Generation, Report No. COAL R224 DTI/Pub URN 02/1509, 2003.
- [4] COLEMAN, K.; GANDY, D. Guideline for welding P-T91 materials. EPRI Project Managers, Technical Progress, June 2002.

- [5] MARUYAMA, K.; SAWADA, K. and KOIKE, J. Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel. *ISIJ International*, v 41, 2001, No. 6, p 641–653.
- [6] ENNIS, P.J. The creep rupture behaviour and steam oxidation resistance of P92 weldments, *Materials at high temperatures*, v 23(3/4), 2006, p 187–193.
- [7] YAJIANG, L. et al. XRD and TEM analysis of microstructure in the welding zone of 9Cr–1Mo–V–Nb heat-resisting steel, *Bull. Mater. Sci.*, v 25, No. 3, June 2002, p. 213–217.
- [8] QIUZHI et al. Recovery and recrystallization in modified 9Cr-1Mo steel weldments after post-weld heat treatment, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 93-94, 2012, p 69-74
- [9] YIN, Y. F. et al. Modelling and experimental studies of alternative heat treatments in Steel 92 to optimise long term stress rupture properties, *Energy Materials*, v 3, No. 4, 2008, p 232 – 242.
- [10] THOMAS PAUL, V. et al. Identification of microstructural zones and thermal cycles in a weldment of modified 9Cr-1Mo steel, *Journal of Materials Science*, v 42, 2007, p 5700-5713.
- [11] MAYR, P.; PALMER, T.A.; ELMER, J.W.; Formation of Delta Ferrite in 9 Wt Pct Cr Steel Investigated by In-Situ X-Ray Diffraction Using Synchrotron Radiation, *Metallurgical And Materials Transactions A*, Published online, 2010.
- [12] WANG, H.; ZHANG, H. and LI, J., Microstructural evolution of 9Cr–1Mo deposited metal subjected to weld heating, *Journal of Materials Processing Technology*, v 209, 2009, p 2803–2811.
- [13] KLUEH, R. L. and HARRIES, D. R. High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications, *ASTM International, Monograph 3*, 2001.
- [14] ABE F. et al. Creep-resistant steels, Woodhead Publishing Limited and CRC Press, 2008.
- [15] CARROUGE, D.; BHADOSHIA, H. K. D. H. and WOOLLIN, P. Microstructural change in high temperature heat-affected zone of low carbon weldable 13 %Cr martensitic stainless steels, *Proceedings of the Stainless Steel World conference*, Houston, Texas, USA, 2002, p 61-67.
- [16] VIJAYALAKSHMI, M. et al. Mechanisms and kinetics of tempering in weldments of 9 Cr-1Mo steel, *J Nucl Mater*, 2000, 279:293-300.
- [17] YESCAS, M. A. and MORRIS, P. F. Improved Creep Resistance of Steel 92 by the Use of Modified Heat Treatments, *ECCC Creep Conference*, 12-14 september 2005, London.
- [18] TOKUNO, K. et al. A complex carbonitride of niobium and vanadium in 9% Cr ferritic steels, *Scr. Metall. Mat.*, v 25, 1991, p 871- 876.
- [19] HAMADA, K. et al. Effects of precipitate shape on high temperature strength of Midified 9Cr-1Mo steels, *ISIJ International*, v 35, 1995, p 86-91.
- [20] TAMURA, M. et al. Tempering Behavior of 9%Cr–1%Mo–0.2%V Steel, *ISIJ International*, v 46, N° 11, 2006, p 1693-1702.
- [21] WANG, S.S et al. Enhanced mechanical properties induced by refined heat treatment for 9Cr-0.5Mo-1.8W martensitic heat resistant steel, *Materials and Design*, 2013, 50:174-180
- [22] PETTY, E. R. *Martensite: Fundamentals and technology*, London, Longman, 1970.
- [23] MUNEKI, S.; IGARASHI, M.; ABE, F. Microstructure control of martensitic phase in advanced ferritic steels for USC boilers to achieve long term stability at high temperatures, *11th Congress of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering*, 4th ASM Heat Treatment and Surface Engineering Conference in Europe, v 1, Florence, IT, 1998, p 19-21.
- [24] STEEN, M. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 1983:14, Issue 4, p 201-225.
- [25] OSGERBY, S. and DYSON, B.F. *Proceedings of the 5th Intl. Conf. Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Swansea, edited by B. Wilshire & R. W. Evans, The Institute of Metals, London, 1993, p 53-61.